SNI

SNI 06-1130-1989

Standar Nasional Indonesia

Cara uji kadar kadmium dalam air

ICS 13.060.01

Daftar isi

Halaman

Cara uji kadar kadmium dalam air

1 Ruang lingkup

Standar ini meliputi cara uji kadar kadmium dalam air.

2 Cara uji

Penentuan kadar kadmium dalam air dapat dilakukan dengan salah satu dari 3 cara uji berikut.

- Cara ditizon kolorimetri

  Batas konsentrasi 0,001 – 0,01 mg kadmium

- Cara spektrofotometri serapan atom, langsung

  Batas konsentrasi 0,05 – 2,0 mg/l kadmium

- Cara spektrofotometri serapan atom, chelat –ekstraksi

  Batas konsentrasi 5 – 200 μg(mikron)/l kadmium.

Terhadap contoh air yang diduga mengandung kadar kadmium tinggi, harus dilakukan pengenceran sehingga dapat termasuk dalam batas konsentrasi masing-masing cara uji tersebut.

2.1 Cara ditizon kolorimetri

2.1.1 Prinsip

Ion kadmium dalam suasana basa kuat bereaksi dengan ditizon ini larut dalam CCl_4 membentuk komplek kadmium ditizonat yang berwarna merah muda.

Warna yang terbentuk dibandingkan terhadap baku secara spektrofotometri pada panjang gelombang 515 nm.

2.1.2 Gangguan

- Timbal, lebih dari 6 mg
- Seng, lebih dari 3 mg
- Tembaga, lebih dari 1 mg.

2.1.3 Peralatan

- Spektrofotometer yang bekerja pada panjang gelombang 515 nm atau filterfotometer warna hijau yang mempunyai transmisi cahaya mendekati 515 nm.
- Kuvet, yang mempunyai ketebalan cahaya 1 cm atau lebih.
- pH meter

- Tabung Nessler 50 ml
- Corong pemisah 125 ml dan 500 ml
- Labu ukur 25 dan 1000 ml
- Pipet volumetri 5 ml
- Alat-alat gelas lainnya.

Semua alat-alat gelas yang akan dipakai harus dibersihkan dengan HNO_3 1 + 1, kemudian dibilas sampai bersih dengan air bebas kadmium.

2.1.4 Pereaksi

Semua pereaksi dan air suling dipakai relatif bebas kadmium.

2.1.4.1 Larutan sediaan kadmium baku

Larutkan 0,100 g logam Cd murni dalam 20 ml air dan 5 ml HCl pekat, pindahkan ke dalam labu ukur 1 liter dan cncerkan sampai tanda batas, simpan dalam botol polietilen.

2.1.4.2 Larutan siapkan kadmium baku

10,0 ml larutan baku kadmium, tambah 2 ml HCl pekat, encerkan dengan air sampai 1 liter dalam labu ukur. 1 ml = 0,01 mg Cd

2.1.4.3 Larutan kalium natrium tartrat

Larutkan 50 g $KNaC_4H_4O_6.4H_2O$ dengan 250 ml air dan masukkan ke dalam corong pemisah 500 ml.

Tambah 50 ml larutan ditizon II, kocok selama 1 menit, keluarkan ekstraksi ditizon.

Ekstraksi kembali larutan dengan beberapa ml $CHCl_3$ sampai warna hilang dan terakhir dengan CCl_4. Simpan larutan kalium natrium tartrat dalam botol polietilen.

2.1.4.4 Larutan NaOH 2,5 N

Larutkan 50 g NaOH dalam 450 ml air dan simpan dalam botol polietilen.

2.1.4.5 Larutan NaOH 0,5 N

Larutkan 10 g NaOH dalam 490 ml air dan simpan dalam botol polietilen.

2.1.4.6 $CHCl_3$ dan CCl_4

2.1.4.7 HCl pekat dan HCl (1 + 1)

2.1.4.8 NH_4OH pekat

2.1.4.9 Larutan ditizon I

Larutkan 0,1 g difeniltiokarbazon dalam 100 ml $CHCl_3$ simpan dalam botol gelap dan ditempat dingin.

2.1.4.10 Larutan ditizon II

- Larutkan 0,1 g difeniltiokarbazon dalam 500 ml CCl_4 simpan dalam botol gelap dan ditempat dingin.
- Ketika akan digunakan, murnikan larutan ditizon II dengan cara sebagai berikut :
- 75 ml larutan ditizon II dalam corong pemisah 250 ml.
- Tambah 75 ml air dan 3 ml NH_4OH pekat, kocok dan buang larutan CCl_4.
- Ekstraksi kembali dengan CCl_4 yang baru sampai pelarut organik tidak berwarna, buang ekstrak CCl_4.
- Tambah 75 ml CCl_4 yang baru dan asamkan dengan HCl 1+1, kocok dan kemudian pisahkan larutan ditizon CCl_4.
- Cuci larutan ditizon – CCl_4 dengan 100 ml air, pisahkan dan encerkan larutan ditizon CCl_4 menjadi 150 ml dengan menambahkan lagi 75 ml CCl_4.

  Larutan ini tahan sampai 12 jam.

2.1.4.11 Larutan dimetilglioksim

Larutkan 1 g dimetilglioksim dalam 100 ml etil alkohol 95%.

2.1.5 Prosedur

2.1.5.1 Pembuatan kurva kalibrasi standar kadmium

Pipet 1,0 – 10,0 ml (1, 2, 6, 8, 10 ml) larutan siapan standar kadmium ke dalam beberapa buah corong pemisah 125 ml, tambah air sampai masing-masing berjumlah ± 25 ml. Pada corong pemisah lainnya masukan 25 ml air suling sebagai blangko.

- Tambahkan masing-masing 10 ml NaOH 2,5 N dan kocok.
- Tambah 5 ml larutan ditizon II, kocok selama 1 menit dan pisahkan ekstrak ditizon CCl_4.
- Ekstraksi kembali beberapa kali dengan 5 ml larutan ditizon II sampai warna ekstrak terakhir tidak berubah.
- Kumpulkan ekstrak menjadi satu dan cuci dengan 20 ml NaOH 0,5 N sebanyak 2 x dan terakhir dengan air.
- Saring larutan ekstrak kadmium – ditizon komplek yang berwarna merah dengan kertas saring halus ke dalam labu ukur 25 ml.
- Bilas kertas saring dengan sedikit CCl_4, encerkan dengah CCl_4 sampai tanda batas dan kocok sampai bercampur rata.
- Tetapkan dalam waktu 15 menit secara spektrofotometri pada panjang gelombang 515 nm dan buat kurva kalibrasi baku kadmium.

2.1.5.2 Penetapan contoh

- Kocok contoh air sampai bercampur rata, masukkan contoh yang mengandung ± 0,001 – 0,01 mg Cd ke dalam gelas piala 150 ml.
- Asamkan dengan H_2SO_4 1 + 1 terhadap indikator metil orange, tambah 1 ml H_2O_2 (30 %) panaskan dan didihkan sampai volume larutan menjadi ± 10 ml.
- Tambah 3 ml HNO_3 pekat dan 1 ml HCl pekat, panaskan dan didihkan sampai semua nitrat hilang, dinginkan.
- Atur pH larutan menjadi 2,0 dengan penambahan NH_4OH pekat atau HCl 1 + 1.
- Pindahkan larutan secara kuantitatif ke dalam corong pemisah 125 ml.
- Ekstraksi beberapa kali dengan 5 ml larutan ditizon I sampai warna ekstrak terakhir tetap hijau, bersihkan dengan 5 ml CCl_4 dan buang semua ekstrak.
- Pindahkan larutan ke dalam gelas kimia 150 ml.
- Tambahkan 5 ml larutan kalium natrium tartrat dan atur pH larutan menjadi 8,5 – 9,0 dengan NH_4OH pekat.
- Pindahkan ke dalam corong pemisah 125 ml dan tambah 5 ml larutan dimetil glioksim dan kocok selama 30 detik.
- Ekstrak sebanyak 3 X atau lebih dengan 10 ml $CHCl_3$, buang semua ekstrak.
- Bersihkan larutan dengan 5 ml CCl_4, buang ekstrak.
- Lanjutkan ke pasal 2.5.1 (tambah 10 ml NaOH 2,5 N).

2.1.5.3 Pengukuran secara spektrofotometri

- Gunakan alat spektrofotometer yang bekerja pada panjang gelombang 515 nm atau filterfotometer yang mempunyai transmisi cahaya maksimum 515 nm yang dilengkapi dengan kuvet yang mempunyai ketebalan tembus cahaya 1 cm atau lebih.
- Atur fotometer pada serapan nol atau pada 100 % transmitan terhadap blangko sebagai pembanding
- Tetapkan harga serapan contoh dan masing-masing standar pada panjang gelombang 515 nm.
- Hitung kadar kadmium dalam mg/liter terhadap kurva kalibrasi baku.

2.1.5.4 Pengukuran secara visual

Apabila alat spektrofotometer tidak tersedia, warna contoh dapat dibandingkan langsung terhadap warna blangko dan standar butir 2.5.1. Gunakan tabung Nessler yang sejenis dengan ukuran yang sama, bersih dan kering.

2.1.6 Perhitungan

Cara visual

$$\text{Cd mg/l} = \frac{\text{ml standar} \times \text{mg standar} \times 100}{\text{ml contoh}}$$

2.1.7 Ketelitian dan ketepatan

- Percobaan dari 0,01 mg/l Cd

  Ketelitian dapat dicapai sampai ± 0,001 mg/l dan ketepatan ± 0,001 mg/l.

- Percobaan dari 0,10 mg/l Cd

  Ketelitian dapat dicapai sampai ± 0,01 mg/l dan ketepatan ± 0,02 mg/l.

- Percobaan dari 0,50 mg/l Cd

  Ketelitian dapat dicapai sampai ± 0,03 mg/l dan ketepatan ± 0,07 mg/l.

2.2 Cara spektrofotometri serapan atom, langsung

2.2.1 Prinsip

Kadmium yang terlarut ini ditentukan dengan menyalurkan contoh yang telah disaring kemudian kadmium total yang diperoleh ditentukan dengan menyalurkan contoh yang telah dicerna dengan HCl HNO_3 dan disaring.

2.2.2 Gangguan

- Konsentrasi kalsium di atas 1000 mg/l akan menahan serapan kadmium dan konstrasi 2000 mg/l akan menahan kalsium sampai 19%.
- Natrium 9000 mg/l, magnesium 4500 mg/l, besi 4000 mg/l, nitrat 100 mg/l dan nekel, timbal, tembaga, seng, kobalt, kromium masing-masing dengan kadar 10 mg/l ini tidak mengganggu.

2.2.3 Peralatan

- Spektrofotometer serapan atom; 228,8 mm.
- Sumber cahaya kadmium
- Lampu hollow-katode kadmium, atau

  Lampu hollow-katode multielemen, atau

  Lampu elektrodeless-discharge
- Pengoksid
- Udara yang dilewatkan melalui saringan ini digunakan untuk menghilangkan minyak, air dan bahan asing lainnya.
- Bahan bakar.
- Gas acetilen baku

– Katup pengurang tekanan.

2.2.4 Pereaksi

1) Larutan kadmium baku

Encerkan 100,0 ml larutan kadmium yang tersedia dan 1 ml HNO_3 ini sampai 100 ml dengan air.
1 ml = 0,1 mg Cd.

2) Larutan sediaan kadmium

Larutan 1,000 g logam kadmium dalam HNO_3 (1,42) dan encerkan sampai 1 liter.
1 ml = 0,1 mg Cd

3) HCl pekat, pa (Bj. 1,19)

4) HNO_3 pekat pa (Bj. 1,42)

5) HNO_3 (1 + 499)

2.2.5 Prosedur

2.2.5.1 Pembuatan kurva kalibrasi kadmium baku

– Siapkan masing-masing 100 ml, blangko dan paling sedikit 4 larutan baku pada daerah konsentrasi kadmium dari contoh yang dianalisa dengan mengencerkan larutan baku kadmium (224,1) dengan HNO_3 (1 + 499) Siapkan baku tiap kali akan digunakan.

– Untuk penentuan kadmium total yang dapat diperoleh kembali, tambahkan 0,5 ml HNO_3 (Bj. 1,42) dan lanjutkan sesuai pasal berikut untuk penentuan timbal yang terlarut lanjutkan juga sesuai pasal berikut.

– Salurkan (aspirate) larutan blangko dan larutan baku dan catat pembacaan instrumen

Salurkan HN03 (1 + 499) setiap kali penentuan antara contoh-contoh.

– Buat kurva kalibrasi baku kadmium

2.2.5.2 Penetapan contoh

– Ukur 100 ml contoh yang telah diasamkan ke dalam gelas piala 125 ml.

– Tambahkan 5 ml HCl (Bj. 1,19) pada tiap contoh.

– Panaskan contoh di atas penangas uap atau penangas listrik. dalam ruangan asam sampai isi larutan berkurang 15 – 20 ml dan usahakan jangan sampai mendidih.

– Dinginkan dan saring contoh dengan kertas saring halus (bebas abu) ke dalam labu takar 100 ml, dan cuci kertas saring 2 atau 3 kali dengan air kemudian encerkan sampai tanda batas.

– Salurkan masing-masing contoh dan catat pembacaan instrumen pada 228,8 mm. Salurkan HNO_3 (1 + 499) setiap kali penentuan antara contoh-contoh.

2.2.6 Perhitungan

Hitung konsentrasi kadmium dalam contoh dengan menggunakan kurva kalibrasi.

2.3 Cara spektrofotometri serapan atom, chelat-ekstraksi

2.3.1 Prinsip

Kadmium yang terlarut dan kadmium total dapat diperoleh dengan pirolidin asam ditiokarbomat dan diekstrak dengan kloroform. Hasil ekstraksi ini diuapkan sampai kering dengan HCl panas dan encerkan dengan air. Hasilnya disalurkan ke dalam nyala udara-asetilen dari spektrofotometer.

2.3.2 Gangguan

Sesuai butir 2.2.2.

2.3.3 Peralatan

Sesuai butir 2.2.3.

2.3.4 Pereaksi

2.3.4.1 Larutan indikator bromfenol biru (1 g/l)

Larutkan 0,1 g bromfenol biru dalam 100 ml etanol 50 % atau isopropanol.

2.3.4.2 Larutan antara kadmium

Encerkan 50,0 ml larutan kadmium sediaan dan 1 ml HNO_3 (Bj. 1,42) sampai 1 liter dengan air. 1,0 ml = 50 μg Cd.

2.3.4.3 Larutan baku kadmium

Encerkan 10 ml larutan kadmium antara dan 1 ml HNO_3 (Bj. 1,42) sampai 1 liter dengan air. 1,0 ml = 0,5 μg Cd.

2.3.4.4 Larutan sediaan kadmium

Sesuai pasal 2.2.4.2.

1,0 ml – 1,0 μg Cd.

2.3.4.5 $CHCl_3$

2.3.4.6 HCl pekat pa (Bj. 1,19)

2.3.4.7 HC (1 + 2)

2.3.4.8 HCl (1+49)

2.3.4.9 HNO_3 pekat (Bj. 1,42)

2.3.4.10 Pereaksi pirolidin asam ditiokarbamat kloroform

Tambahkan 36 ml pirolidin sampai 1 l dengan $CHCl_3$. Dinginkan larutan dan tambahkan 30 ml CS_2 sedikit demi sedikit sambil diaduk. Pereaksi ini dapat disimpan ditempat yang dingin dan gelap, semua bahan bersifat racun yaitu pembuatan larutan di dalam ruang asam.

2.3.4.11 Larutan NaOH (100 g/l)

Larutan 100 g NaOH dalam air sampai 1 liter.

2.3.5 Prosedur

2.3.5.1 Pembuatan kurva kalibrasi baku kadmium

- Siapkan blangko dan baku kadmium yang mengandung kadmium dari 0,0 sampai 20 µg, dengan mengencerkan larutan baku kadmium dari 0,0 sampai 40,0 ml dengan air.
- Untuk penentuan kadmium total dapat diperoleh dengan menggunakan gelas piala 125 ml, tambahkan 0,5 ml HNO_3 (Bj. 1,42) dan lanjutkan sesuai pasal berikut untuk penentuan kadmium yang terlarut gunakan corong pemisah 250 ml dan lanjutkan sesuai pasal berikut.
- Buat kurva kalibrasi

2.3.5.2 Penetapan contoh

- Ukur sejumlah contoh yang telah diasamkan ini mengandung lebih kecil dari 20,0 µg Cd (maksimum 100 ml) ke dalam 125 ml gelas piala dan volume sampai 100 ml dengan air.

Keterangan Jika hanya penentuan kadmium yang terlarut ukur sejumlah contoh yang telah diasamkan yang mengandung lebih kecil dari 20p g kadmium ini (maksimum 100 ml) kedalam corong pemisah 250 ml dan mulai dengan pasal berikut.

- Tambahkan 5 ml HCl (Bj. 1,19) pada masing-masing contoh.
- Panaskan contoh di atas penangas uap atau penangas listrik dalam ruang asam sampai volume larutan berkurang 15 – 20 ml jangan sampai mendidih.
- Dinginkan dan saring contoh dengan kertas saring halus (bebas abu) kedalam 1 corong pemisah 250 ml dan usahakan jangan sampai mendidih.
- Tambahkan 2 tetes indikator bromf enol biru dan aduk.
- Atur pH dengan penambahan larutan NaOH (100 g/1) sampai warna biru bertahan.
- Tambahkan HCl (1 + 49) tetes demi tetes sampai warna biru hilang kemudian tambahkan 2,5 ml HCl (1 + 49) berlebih, pH pada kondisi ini harus 2,3.
- Tambahkan 10 ml pirolidin asam ditiokarbamat kloroform dan kocok selama 2 menit.
- Sumbat corong pemisah dengan katun, diamkan sampai cairan terpisah dan keluarkan fasa klroform ke dalam gelas piala 100 ml.
- Ulangi ekstraksi dengan 10 ml kloroform dan keluarkan lapisan kloroform ke dalam gelas piala yang sama.

Keterangan Jika warna masih ada dalam $CHCl_3$ ini ekstrak lagi larutan berair sampai lapisan $CHCl_3$ tidak berwarna.

- Tempatkan gelas piala di atas asbes penangas listrik dengan panas yang rendah dan uapkan sampai kering. Lakukan diruang asam.
- Pegas gelas piala dengan sudut 45^O dan pelan-pelan tambahkan tetes demi tetes 2 ml HNO_3 (Bj. 1,42) putar-putar gelas piala agar asam mengenai residu.
- Tempatkan gelas piala di atas asbes penangas listrik dengan panas yang kecil dan uapkan sampai kering.
- Tambahkan 2 ml HCl (1 + 2) dan panaskan sambil diputar-putar selama 1 menit.
- Dinginkan dan pindahkan larutan secara kuantitatip ke labu takar 10 ml dan encerkan dengan air suling.
- Salurkan masing-masing contoh dan catat pembacaan instrumen pada 228,8 mm.

2.3.6 Perhitungan

Tentukan berat kadmium dengan kurva kalibrasi.

Konsentrasi Cd dalam μg/l

Cd.Cd/ig/l = (1000/A)xB

A = Volume contoh, ml

B = Berat kadmium dalam contoh,μg